



PENGARUH WAKTU *HIGH ENERGY MILLING* TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKAOLIN CAPKALA ASAL KALIMANTAN BARAT

Muhamad Nasir^{*}, Popon Ratnasari^{**}, Dwi Nur Fathan Islam^{**}, Anis Shofiyanis^{**}

^{*}Loka Penelitian Teknologi Bersih, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Komplek LIPI Bandung, Jln. Sangkuriang, Gedung 50, Bandung

^{**}Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura, Jln. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi 78124, Pontianak

mnasir71@yahoo.com^{*}, poponratnasari@student.untan.ac.id^{**}

fathan.dni@student.untan.ac.id^{**}, shofiyanianis9@gmail.com^{**}

ABSTRACT

Synthesis of nanokaolin from Capkala's natural clay from Bengkayang, West Borneo has been studied. Modification of kaolin particles into nano size was done by high energy milling methods using HCl 2M activator solutions. The variables that investigated is the effect of milling time on the particle size produced. Morphology and structure of nanokaolin were characterized using scanning electron microscope (SEM), x-ray diffraction (XRD) and fourier transform infrared spectrometer (FTIR). The result showed that the longer milling time produced smaller and uniform particles size of kaolin. The SEM result showed that kaolin has particle size about 64-158 nm. The result of XRD showed that kaolin before and after milling has no different 2θ angle, but increased the peak intensity of mineral quartz. The result of IR spectra showed Al-O vibration on wavenumber $996,05\text{ cm}^{-1}$ and $600,72\text{ cm}^{-1}$ and bending Si-O-Si vibration on wavenumber $666,77\text{ cm}^{-1}$.

Keywords : *capkala's nanokaolin, morphology, structure, milling, high energy milling*

PENDAHULUAN

Kaolin merupakan mineral *clay* jenis alumina-silikat dengan rumus molekul $\text{Si}_4\text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ dan komposisi $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2:\text{H}_2\text{O}$ adalah 1:2:2 per sel satuan yang memiliki struktur berlapis 1:1. Mineral kaolin ini merupakan lempung silikat dengan struktur berlapis, ukuran partikel $<2\text{ m}$, dan luas permukaan spesifik $7\text{-}20\text{ m}^2/\text{g}$. Secara tradisional, kaolin banyak digunakan pada industri pembuatan kertas, cat, keramik, karet, plastik, cat, semen sebagai bahan pengisi, *ingredient* atau

extender (Kesuma, *et al.*, 2013; Wahyuni *et al.*, 2008). Bahan pengisi seperti kaolin berperan penting dalam memodifikasi sifat-sifat dari bahan polimer dengan cara meningkatkan sifat mekanik, elektrik, termal, dan optik (Anjanadan George, 2012).

Salah satu sumber kaolin yang melimpah adalah kaolin Capkala dari kabupaten Bengkayang, Kalimantan Barat. Dinas ESDM Kalimantan Barat tahun 2012 menyebutkan bahwa provinsi Kalimantan Barat memiliki kelimpahan kaolin sebanyak 316.908.857 ton dan

tingkat eksploitasi mencapai 40.000 ton. Beberapa peneliti telah melaporkan pemanfaatan kaolin Capkala untuk berbagai tujuan seperti bahan baku adsorben (Kesuma, et al, 2013), untuk adsorpsi asam gibelerin (Sunardi, et al, 2009), dan sebagai bahan baku pembuatan aluminium sulfat (Jalaluddin dan Jamaluddin, 2005).

Beberapa peneliti juga telah melaporkan bahwa penggunaan pelarut asam dapat meningkatkan sifat mekanik dan porositas kaolin sehingga memiliki fungsi yang lebih bervariasi serta memiliki nilai ekonomis lebih tinggi. Sunardi *et. al.* (2009) melaporkan bahwa pencucian dengan pelarut asam kaolin bertujuan untuk mengurangi pengotor berupa mineral kuarsa, sedangkan Wahyuni *et. al.* (2008) melaporkan bahwa pelepasan logam-logam pengotor pada kaolin dengan perendaman menggunakan larutan HCl 6M memberikan hasil kapasitas adsorpsi dan luas permukaan kaolin. Namun belum ada yang secara khusus mensintesis atau memodifikasinya menjadi ukuran nanopartikel.

Berdasarkan pemikiran tersebut, penelitian ini bertujuan dan fokus untuk melakukan modifikasi kaolin Capkala menjadi nano-kaolin menggunakan metode *high energy milling* dan larutan HCl sebagai aktivator. Kemudian mempelajari morfologi dan struktur nanokaolin melalui analisis SEM, spektrofotometri FTIR, dan XRD. Modifikasi ukuran kaolin dalam skala nanometer diharapkan mampu meningkatkan sifat fisik dari kaolin seperti peningkatan luas permukaan spesifik. Tren pemanfaatan material maju yang mengarah pada nanomaterial memberikan sifat yang berbeda dalam hal ukuran partikel, luas permukaan dan

sifat mekanik sehingga memberikan fungsi yang lebih aplikatif (Gun'ko, 2014; Kumar, 2015)..

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain, ayakan 170 mesh, *magnetic stirrer*, seperangkat alat gelas, *stirrer*, *microscope optic fluorescence* (MEIJI TECHNO AMERICA), neraca analitik (KERN & Sohn GmbH ABS 220-4), *high energy milling* (HEM-E3D), *spektrofotometer FTIR* (Thermo Scientific), sentrifus (BIOSAN LMC-3000), *scanning electron microscope* (SEM) HITACHI SU-3500, *spektrofotometer ultrasonic waterbath* (5510 BRANSON) dan *X-ray diffraction* (XRD) (SHIMADZU EDX-720).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain, akua d.m, asam klorida (HCl) (MERCK), dan kaolin Capkala.

Cara Kerja

Preparasi kaolin Capkala

Kaolin dicuci menggunakan akua d.m sebanyak 3 kali, kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 5 menit. Kaolin hasil sentrifugasi dikeringkan pada suhu 70°C selama 12 jam. Kaolin yang telah kering kemudian diayak menggunakan ayakan 170 mesh. Sebanyak 50 gram kaolin dicuci menggunakan HCl 2 M dengan perbandingan (1:10). Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian filtrat didekantasi dan residu dinetralkan menggunakan akua d.m hingga pH netral. Setelah netral, kaolin dipisahkan dengan cara sentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 30 menit, dikeringkan dengan suhu 100°C selama 5 jam, diayak menggunakan ayakan 170 mesh dan

ditimbang hingga berat konstan (Lindasari *et.al.*, 2017).

Sintesis Nanokaolin Capkala

Sintesis nanokaolin dilakukan dengan metode *top down* menggunakan HEM *Shaker Mill*. Variasi waktu penggilingan yang digunakan adalah 6, 12, dan 18 jam. Penggilingan dilakukan dengan memasukkan sampel kaolin teraktivasi HCl 2 M kedalam alat *milling*. Rasio kaolin dan HCl yang digunakan yaitu 1:5. Proses *milling* dilakukan dengan kecepatan 745 rpm. Kaolin yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan analisis SEM-EDAX, XRD, dan FTIR (Nugraha *et.al.*, 2015).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kaolin yang digunakan diperoleh dari lempung Capkala Kabupaten Bengkayang Kalimantan Barat. Preparasi kaolin dilakukan melalui tahapan pencucian, pemisahan kuarsa dari lempung, pemanasan, penggerusan, dan pencucian menggunakan pelarut asam. Pencucian berulang bertujuan untuk memudahkan pemisahan kaolin dari mineral kuarsa.

Proses pemisahan kaolin dari kuarsa dilakukan dengan metode sentrifugasi. Metode ini dipilih didasarkan pada perbedaan ukuran dan berat jenis antara kuarsa dan kaolin. Perbedaan ukuran dan berat jenis antara kuarsa ($\leq 2 \mu\text{m}$; 2,65 g/mL) dan kaolin ($\geq 2 \mu\text{m}$; 2,60-2,63 g/mL) menyebabkan perbedaan kecepatan proses sedimentasi. Kuarsa yang memiliki ukuran dan berat jenis lebih besar akan terpisah pada lapisan bawah. Sedangkan proses pemanasan bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang terperangkap pada

struktur aluminosilikat kaolin yang dapat mengakibatkan kaolin mudah mengembang (Lindasari *et.al.*, 2017).

Kaolin yang berhasil dipisahkan selanjutnya kembali dicuci menggunakan HCl 2 M untuk melarutkan kotoran-kotoran berupa mineral logam serta untuk meningkatkan kuantitas pemisahan mineral kuarsa dari kaolin (Lindasari *et.al.*, 2017). HCl 2 M merupakan konsentrasi optimum sebagai aktivator karena penggunaan konsentrasi yang terlalu rendah dapat mengakibatkan pengotor logam tidak dapat dibersihkan secara maksimal, sedangkan konsentrasi yang terlalu tinggi dikhawatirkan dapat mengakibatkan kerusakan kerangka struktur aluminosilikat karena terjadinya dealuminasi pada kaolin akibat ion H^+ yang terbentuk pada kondisi asam akan masuk ke dalam struktur aluminosilikat dan menggantikan posisi kation penyeimbang (Lindasari *et.al.*, 2017). Sisa ion klorida dicuci dengan aqua d.m secara berulang.

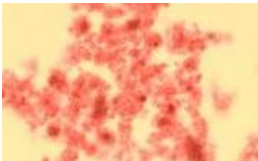
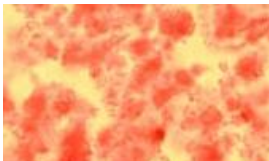

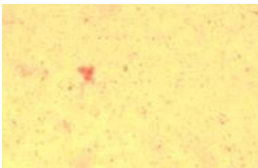
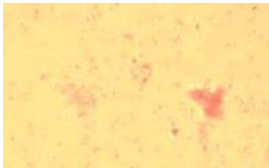
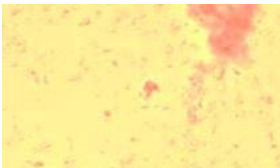
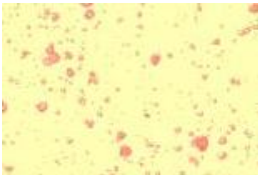
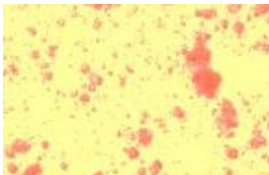


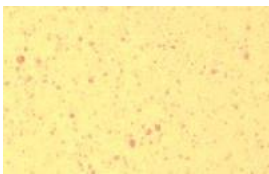
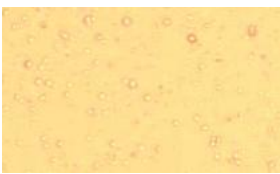
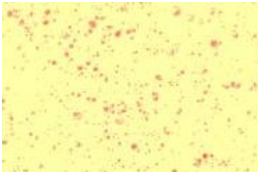
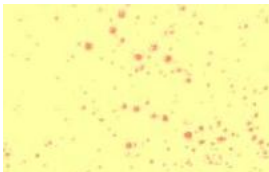
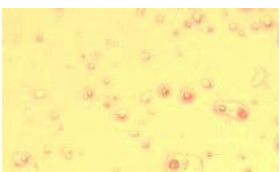
Kaolin yang dihasilkan kemudian diubah ukurannya secara fisika (*top down*) menggunakan HEM (*High Energy Milling*) *Shaker Mill* -E3D. Penggilingan dengan cara menggerus material dari bentuk meruah menjadi ukuran yang lebih kecil ini mengakibatkan suatu material mengalami pemecahan ukuran partikel (Nugraha *et.al.*, 2015). Citra morfologi kaolin menggunakan mikroskop optik pada Tabel 1 menunjukkan bahwa waktu optimum untuk penggilingan adalah 12 jam. Hal ini didasarkan pada distribusi ukuran partikel kaolin yang lebih seragam (homogen) dibandingkan interval waktu-waktu yang lain. Morfologi SEM permukaan kaolin sebelum dan sesudah proses penggilingan ditunjukkan melalui Gambar 1. partikel kaolin sebelum proses penggilingan memiliki diameter kurang lebih 1 μm ,

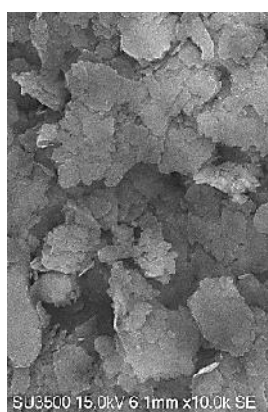
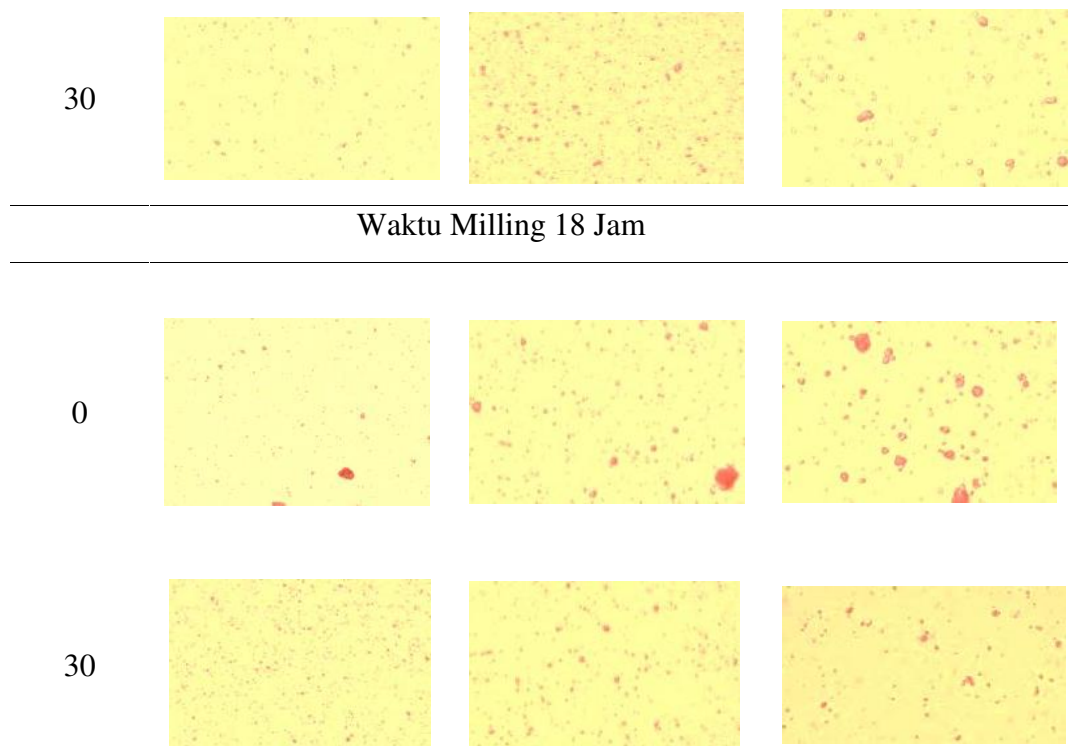
sedangkan kaolin sesudah proses penggilingan selama 12 jam memiliki diameter yang lebih kecil yakni antara 158 nm dan 64 nm. Berdasarkan morfologi yang ditunjukkan partikel-partikel cenderung membentuk aglomerat. Komposisi unsur penyusun kaolin dari hasil EDAX pada Gambar 2 memperlihatkan Si, Al, O, serta beberapa unsur-unsur lain dalam jumlah kecil seperti Na, K, Ti, C, Mg, dan Fe. Kuantitas massa relatif masing-masing unsur untuk nanokaolin adalah 13,20%, 13,19%, 61,87%, dan 11,74%.

Hasil analisis FTIR ditunjukkan pada Gambar 3. pada spektra IR dari nanokaolin menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang $3253,32\text{ cm}^{-1}$ dan $1632,93\text{ cm}^{-1}$ berturut-turut menunjukkan adanya vibrasi ulur -

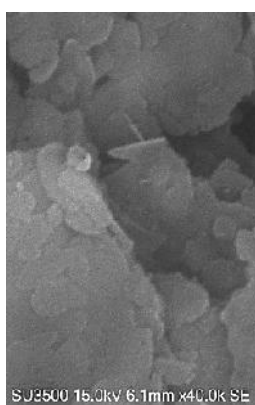
OH dan vibrasi tekuk -OH yang masih terperangkap pada kisi kristal (Sunardi *et.al.*, 2011). Puncak serapan pada bilangan gelombang $996,05\text{ cm}^{-1}$ dan $600,72\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi Al-O yang merupakan serapan khas dari kaolin (Hosseini *et.al.*, 2011). Puncak serapan pada bilangan gelombang $666,77\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi tekuk Si-O-Si. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1100, 1005, dan 1020 cm^{-1} (Wahyuni, 2010) yang menunjukkan adanya regangan Si-O dan Al-O tidak muncul pada spektra nanokaolin yang dihasilkan. Hal ini diasumsikan akibat proses penggilingan pada kaolin mengakibatkan putusnya ikatan Si-O dan Al-O pada kaolin. Sehingga ikatan Si-O dan Al-O pada nanokaolin hanya dalam jumlah yang sangat kecil.

Tabel 1. Morfologi partikel kaolin melalui proses *Milling* dengan variasi waktu *Milling*

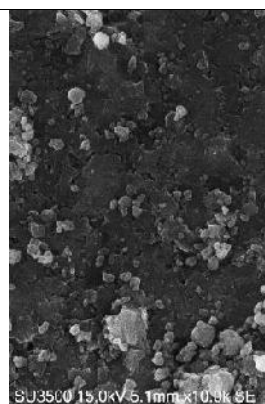
Waktu Sonikasi (Menit)	Perbesaran Lensa Mikroskop Optik		
	100 X	200 X	400 X
Waktu Milling 0 Jam			
0			
30			
Waktu Milling 6 Jam			
0			
30			
Waktu Milling 12 Jam			
0			



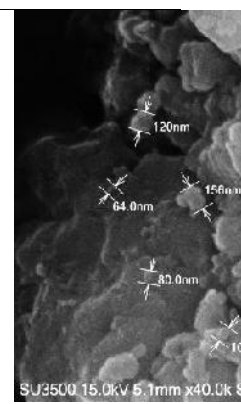
(a)



(a*)

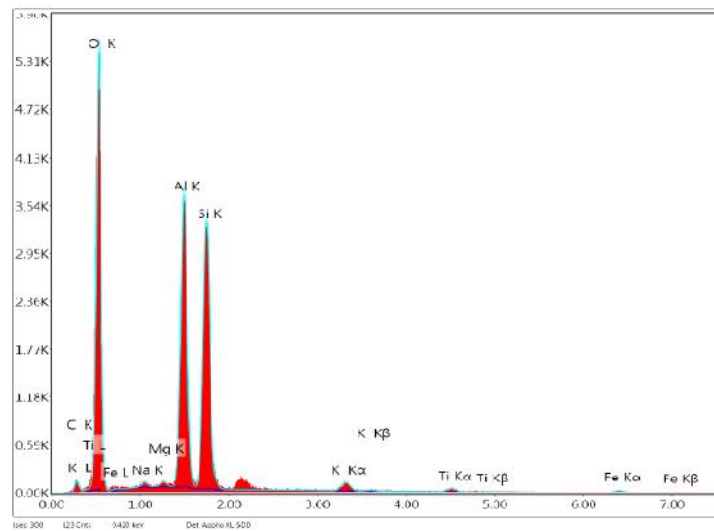


(b)

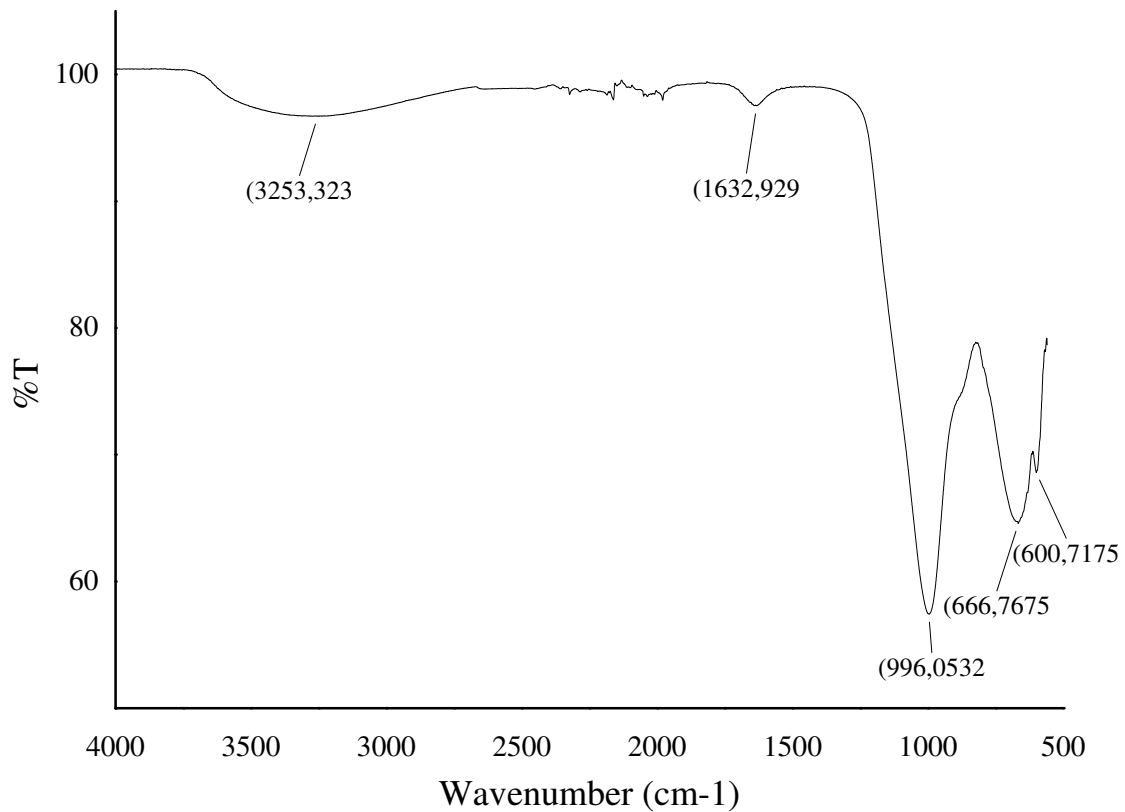


(b*)

Gambar 1. Morfologi kaolin perbesaran 10.000X (a), 40.000X (a*) dan nanokaolin perbesaran 10.000X (b), 40.000X (b*)



Gambar 2. Spektra EDAX dari
nanokaolin Capkala



Gambar 3. Spektra IR nanokaolin
Capkala

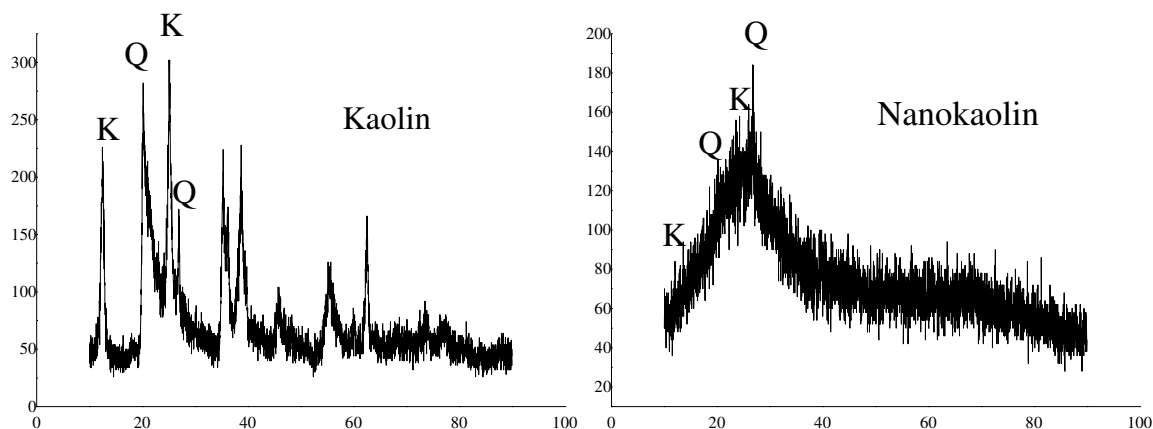
Tabel 2. Data 2θ dan d spacing dari Kaolin dan Nanokaolin Capkala

Sampel	Standar JCPDS		Hasil Sintesis	
	2θ	d spacing	2θ	d spacing
Kaolin	12,4070	7,1283	12,5340	7,0565
	20,3771	4,3546	20,2421	4,3835
	24,9624	3,4641	25,1660	3,5359
	26,8832	3,3137	26,9152	3,3099
Nanokaolin	12,4070	7,1283	12,1857	7,2574
	20,3771	4,3546	20,0327	4,4288
	24,9624	3,4641	24,6717	3,6056
	26,8832	3,3137	26,8029	3,3235

Puncak-puncak difraksi kaolin dan nanokaolin hasil penelitian dibandingkan dengan standar pada JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction) ditunjukkan melalui Tabel 2. Data hasil XRD juga menunjukkan adanya puncak karakteristik serapan pada bidang d_{001} dan d_{002} yang merupakan ciri dari kaolinit serta bidang d_{110} dan d_{120} yang merupakan ciri dari mineral kuarsa (Wahyuni *et.al.*, 2008). Sesuai data JCPDS no 04-013-3074 (2017), hasil analisis XRD menunjukkan puncak karakteristik serapan dari kaolinit hasil preparasi pada bidang d_{001} dengan sudut $2\theta=12,5340^{\circ}$ (7,0565) dan bidang d_{002} dengan sudut $2\theta=25,1660^{\circ}$ (3,5359) yang

memiliki % intensitas relatif berturut-turut 73% dan 100%. Sedangkan puncak serapan dari nanokaolin ditunjukkan pada bidang d_{001} dengan sudut $2\theta=12,1857^{\circ}$ (7,2574) dan bidang d_{002} dengan sudut $2\theta=24,6717^{\circ}$ (3,6056) yang memiliki % intensitas relatif berturut-turut 14% dan 46%. Data analisis XRD juga menunjukkan puncak difraksi dari mineral kuarsa pada bidang d_{110} dengan sudut $2\theta=20,2421^{\circ}$ (4,3835) dan bidang d_{120} dengan sudut $2\theta=26,9152^{\circ}$ (3,3099) yang memiliki % intensitas relatif berturut-turut 99% dan 35%. Sedangkan nanokaolin hasil proses penggilingan menunjukkan perubahan intensitas puncak serapan pada bidang d_{110} dengan sudut $2\theta=20,0327^{\circ}$ (4,4288) dan bidang d_{120} dengan sudut $2\theta=26,8029^{\circ}$ (3,3235) dengan % intensitas relatif berturut-turut 21% dan 100%.

Hasil analisis XRD juga menunjukkan kristalinitas kaolin sebesar 43,8335% dan nanokaolin 35,6098%. Adanya proses penggilingan mengakibatkan penurunan kristalinitas dari kaolin. Derajat kristalinitas suatu material menunjukkan kekuatan ikatan antar atom. Sehingga semakin tinggi derajat kristalinitas akan semakin kuat ikatan antar atom begitu juga sebaliknya (Saputri *et.al.*, 2016). Pola difraktogram dari nanokaolin yang dihasilkan, memiliki kemiripan dengan pola difraktogram metakaolin yang dikemukakan oleh Hosseini *et.al.* (2011).



Gambar 4. Difraktogram kaolindan nanokaolin Capkala

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa nanokaolin Capkala dapat disintesis dengan pendekatan *top down* menggunakan metode penggilingan (high energy milling). Waktu yang optimum untuk proses penggilingan adalah 12 jam dengan hasil ukuran partikel yang lebih seragam. Berdasarkan analisa hasil SEM nanokaolin mempunyai ukuran diameter 64-158 nm. Nanokaolin yang dihasilkan menunjukkan gugus fungsi Al-O dan Si-O-Si yang sesuai dengan gugus fungsi kaolin.

DAFTAR PUSTAKA

- Anjana, R. dan George, K.E. 2012. Reinforcing Effect of Nano Kaolin Clay PP/HDPE Blends. *Int. J. Eng. Res. and App.* 2(4).
- Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Provinsi Kalimantan Barat. 2012. Kajian Kebijakan Pengembangan Industri Mineral Sebagai Kawasan Ekonomi Khusus.
- Hosseini, S.A. Niaei, A. dan Salari, D. 2011. Production of γ -Al₂O₃ from Kaolin. *Open. J. of Phy. Chem.* 1(1): 24-25.
- Gun'ko, Y. K. 2015. Magnetic Nanomaterial and Their Application. 4. 2079-4991: 505-507.
- Jalaluddin. dan Jamaluddin, T. 2005. Pemanfaatan Kaolin sebagai Bahan Baku Pembuatan Aluminium Sulfat dengan Metode Adsorpsi. *J. Sistem Tek. Industri.* 6(5): 71-73.
- Kesuma, R.F. Sitorus, B. dan Adhitiyawarman. 2013. Karakterisasi Pori Adsorben Berbahan Baku Kaolin Capkala dan Zeolit Dealuminasi, *J. Kim Khatulistiwa.* 2303-1077: 19-23.
- Kumar, L. Y. 2015. Role and Adverse Effects of Nanomaterials in Food Technology. 2. 2056-3779: 1-3.
- Lindasari, S. Rudiyanasyah, dan Kiki, P. U. 2017. Penentuan Kapasitas Adsorpsi Ion Clorida (Cl⁻) pada Pasir Kuarsa Terlapis Mangan Oksida dan Kaolin Teraktivasi HCl, *J. Kim. Kha.* 6(1): 12-13.

- Nugraha, P.R. Wahyu, W. Wahyu, T.C. dan Handoko, S.K. 2015. Pengaruh Aditif BaCO₃ pda Kristalinitas dan Suseptibilitas Barium Ferit dengan Metode Metalurgi Serbuk Isotropik, *J. Ber.Fis.* 18(1): 42-43.
- Saputri, L.H. Rochmadi. dan Budhijanto. 2016. Polyesterification of Shellac as An Alternative Coating Material.*Pros. Sem Nas Tek Kim "Kejuangan"*. 1693-4393.
- Sunardi.Arryanto, Y. dan Sutarno, 2009.Adsorpsi Asam Giberelin pada Kaolin Asal Tatakan Kalimantan Selatan, *J. Indo. Chem.* 9(3): 373-379.
- Sunardi. Irawati, U. dan Wianto, T. 2011. Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan Selatan Hasil Kalsinasi.*J. Fis FLUX*, 8(1): 61-62.
- Suyono, Y. 2012.Studi Awal Pembuatan Nanokomposit dengan *FillerOrganoclay*untuk Kemasan.*Biopropal Industri.* 3(2): 63-69.
- Wahyuni, N. 2010. Modifikasi dengan Surfaktan Benzalkonium Klorida dan Karakterisasinya Menggunakan Spektrofotometer Infra Merah. *J. Sains dan Ter Kim.* 4(1): 4
- Wahyuni, N, Imelda, H. S. Arryanto, Y. Sutarno dan Zupriadi, Y. 2008.Hidrolisis Lempung dari Kecamatan Capkala dengan Variasi Konsentrasi Larutan Asam Klorida.*J. Zeolit Indonesia.* 7(1): 1411-6723.